

Aus dem Forschungslaboratorium für Elektronenphysik, Berlin-Lichterfelde-Ost.

## Der Objektträger-Vibrator, ein neues Hilfsgerät der Übermikroskopie und Mikroskopie.

Von Manfred v. Ardenne (Berlin). (Eingegangen am 11. Oktober 1940)

Bei zahlreichen lichtmikroskopischen und elektronenmikroskopischen Untersuchungen disperser Systeme hindert bekanntlich die Konglomeratbildung eine Beobachtung der Einzelelemente. Im Rahmen einer speziellen Aufgabestellung auf elektronenmikroskopischem Gebiet gab Herr H. Franssen (Versuchsanstalt Krupp, Essen) dem Verfasser liebenswürdigerweise die Anregung, mit Hilfe von Ultraschallwellen das Zusammenklumpen zu verhindern. Diese Anregung führte den Verfasser zu einer Entwicklung, über die im folgenden berichtet werden soll.

Die nähere Prüfung des Problems ergibt, daß es bei der Herstellung mikroskopischer Präparate von dispersen Substanzen nicht nur darauf ankommt, diese Substanzen möglichst gleichmäßig in einer Hilfsflüssigkeit zu verteilen, sondern auch darauf, den nachfolgenden Auftrocknungsprozeß so zu führen, daß ein gleichmäßiges Sichabsetzen der Partikel stattfindet. Aus vorstehender Erkenntnis folgt die Notwendigkeit, die verteilende Einwirkung auch während der Trock-

nungsperiode bestehen zu lassen. Auf diese Weise wird zugleich verhindert, daß während der Trocknungszeitspanne eine erneute Zusammenballung vor sich geht.

Die Ultraschallwellenlänge üblicher Piezo-Generatoren in Flüssigkeiten ist stets sehr groß gegen die Abmessungen der Konglomerate in den bei der Präparierung gegebenen Flüssigkeitströpfchen. Aus diesem Grunde scheidet eine spezifische Ultraschalleinwirkung durch Ausnutzung einer lokalen Schalldruckdifferenz im von der einzelnen Teilchengruppe erfüllten Raum aus. Im Hinblick auf diese Tatsache und ferner um den relativ komplizierten Piezo-Generator zu vermeiden, wurde die Einwirkung mit niederfrequenten, mechanischen Schwingungen, entsprechend höherer Amplitude versucht<sup>1)</sup>. Diese Arbeiten führten zu der Konstruktion eines kleinen, aus dem 50-Perioden-Lichtnetz zu betreibenden Hilfsgerätes.

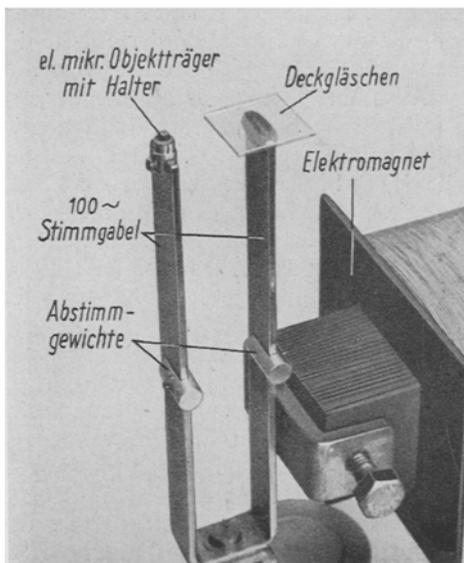


Fig. 1. Das Stimmgabelsystem des Objektträger-Vibrators mit aufgesetztem elektronenmikroskopischen und lichtmikroskopischen Objektträger.

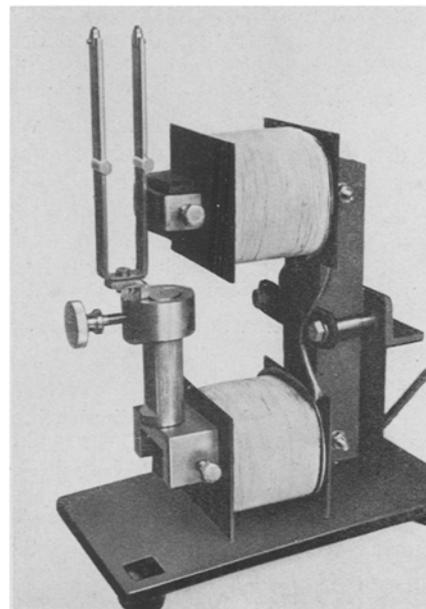


Fig. 2. Gesamtansicht des unmittelbar aus dem 50-Perioden-Lichtnetz betriebenen Objektträger-Vibrators.

<sup>1)</sup> Vorausgegangen war ein weiterer Versuch mit Hartmann'scher Pfeife (60000 Hertz, etwa 100 Watt

Luftschall) und zwei Hohlspiegeln, die die Pfeifenöffnung auf dem Substanztropfen akustisch abbildeten.

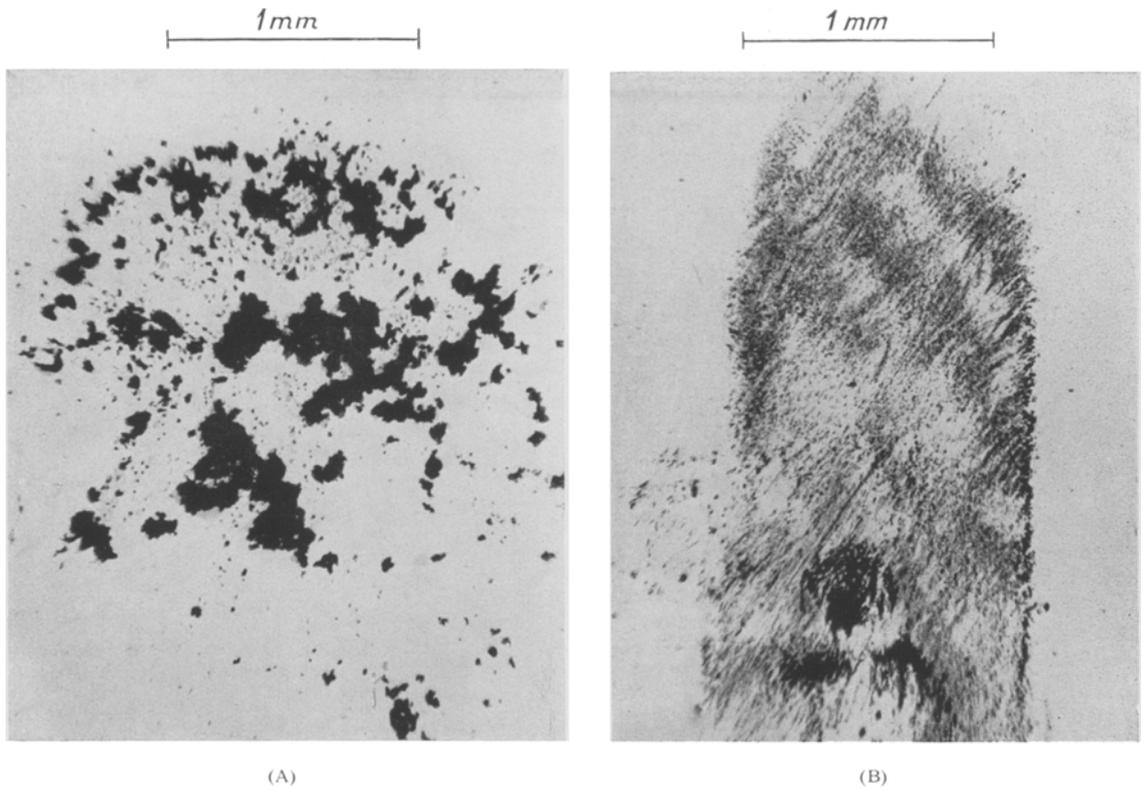


Fig. 3. Gegenüberstellung zweier mit schwacher Vergrößerung erhaltenen Übersichtsbilder von ruhend (A) und schwingend (B) aufgetrockneten Tropfen einer mit Pulver aus keramischen Massen hergestellten Suspension.

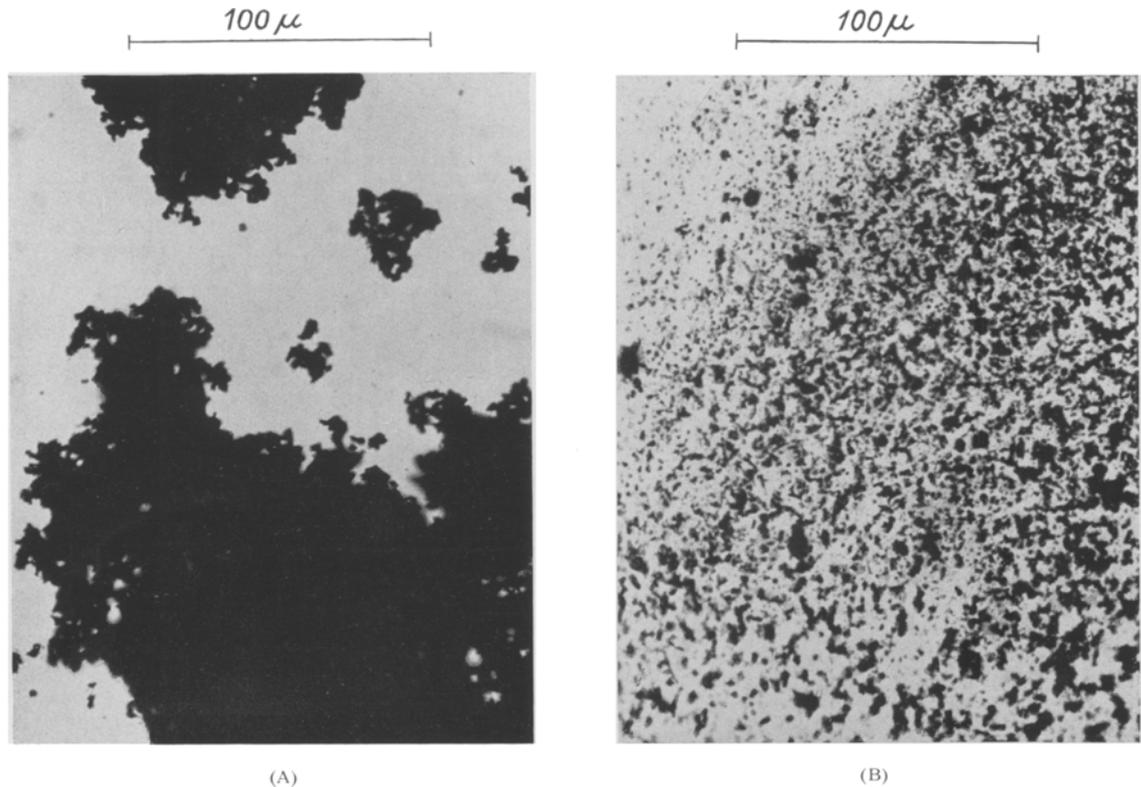


Fig. 4. Mit stärkerer Vergrößerung lichtmikroskopisch erhaltene Bilder des gleichen Objektes. Bei dem schwingend aufgetrockneten Präparat (B) ist eine überraschend gleichmäßigere Verteilung der Substanz zu beobachten.

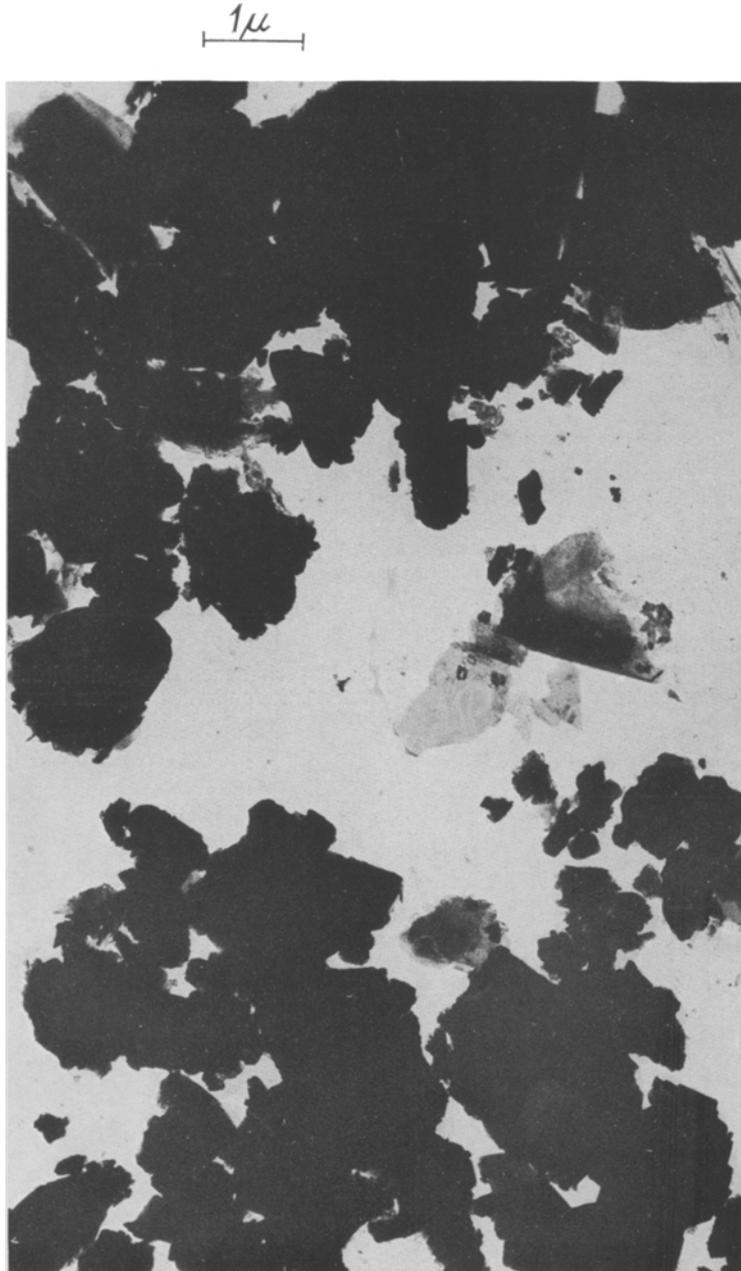


Fig. 5 A

Fig. 5. Elektronenmikroskopische Aufnahmen des gleichen ruhend (A) und schwingend (B) aufgetrockneten Präparates (bei denen das benutzte Elektronenmikroskop nicht auf höchste Vergrößerung, sondern auf ein möglichst großes Gesichtsfeld einjustiert war) zeigen, daß bei dem schwingend hergestellten Präparat die Elementarteilchen des untersuchten Pulvers überwiegend isoliert zur Ablagerung kommen.

Das Prinzip des Objektträger-Vibrators.

Das Prinzip des Gerätes besteht darin, den Objektträger während der Auftrocknung der

Suspension in starke Vibrationen zu versetzen.

Da bei der Herstellung elektronenmikroskopischer Präparate die Substanz häufig auf extrem dünne

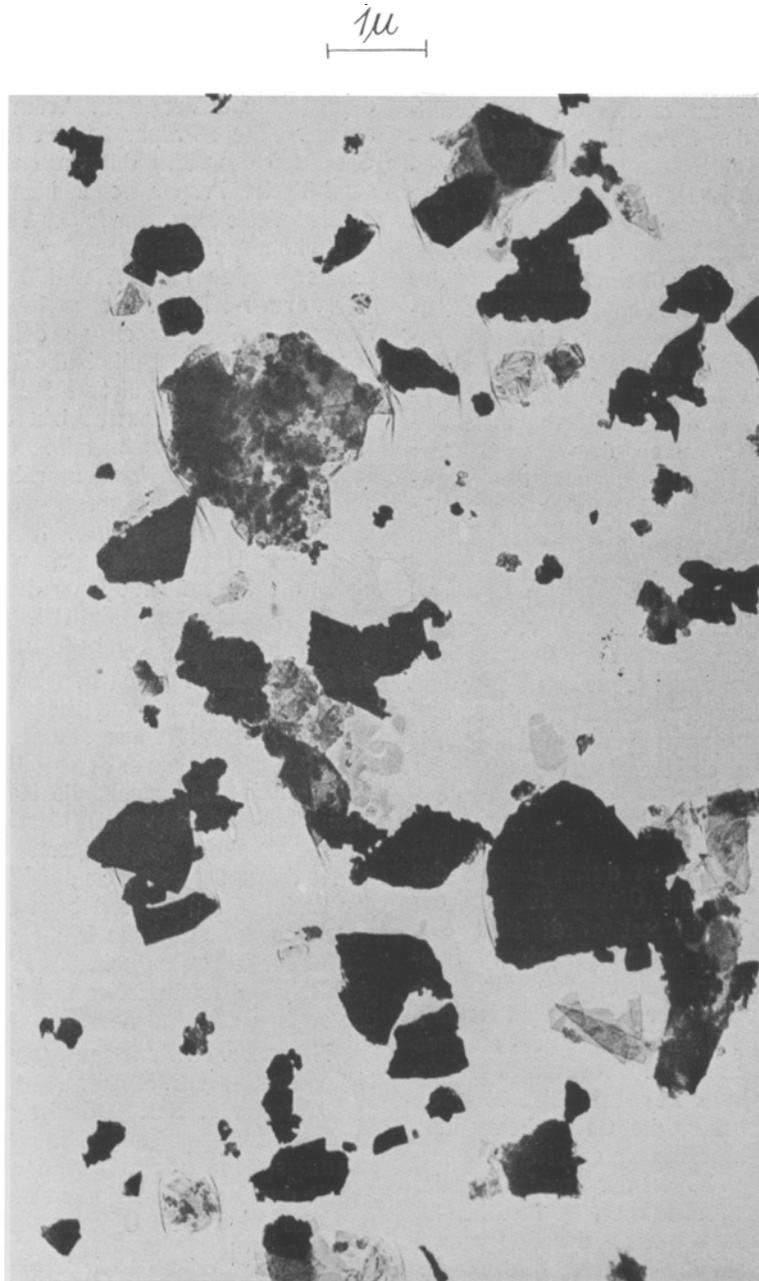


Fig. 5 B

Kollodiumfolien gebracht wird<sup>2)</sup>, die gegen mechanische Beanspruchungen empfindlich sind, ist die Vibrationsrichtung parallel zur Folienebene orientiert. Die Objektträger sind an den äußersten

<sup>2)</sup> Vgl. den Abschnitt „Objektpräparierungstechnik“ in M. von Ardenne, Elektronen-Übermikroskopie (Berlin 1940).

Enden einer auf 100 Hertz abgestimmten Stimmgabel angebracht, die unmittelbar aus dem Lichtnetz über einem Elektromagneten erregt wird. Da die Stimmgabel in ihrer Resonanzlage schwingt, lassen sich schon mit relativ schwachen Wechselfeldern sehr erhebliche Schwingungsamplituden herbeiführen.

Die Ausführung des Objektträger-Vibrators.

Eine Teilansicht von dem Stimmgabelsystem des Objektträger-Vibrators bringt Fig. 1. Wahlweise können auf den freien Enden der Stimmgabel entweder zwei Fassungen für elektronenmikroskopische Objektträger aufgesetzt oder Deckgläschen als lichtmikroskopische Objektträger mit Hilfe von Plastilin oder Klebwachs angekittet werden. Zur Feinabstimmung der Stimmgabel dienen zwei leicht versetzbare Abstimmgewichte. Bei maximaler Erregung bestreicht ein Massenpunkt des Objektes periodisch eine Strecke von etwa 20 mm. Diese Schwingungsweite ist so groß, daß die Stimmgabelenden sich fast berühren. Bei der genannten Schwingungsweite durchläuft der Suspensionstropfen 200mal in der Sekunde die Geschwindigkeitsskala zwischen 0 und 12 m pro Sekunde.

Die Gesamtansicht des Objektträger-Vibrators<sup>3)</sup> gibt Fig. 2 wieder. Durch mechanische Verstellungen kann der Abstand der Stimmgabel von dem eine Frequenzverdoppelung bewirkenden Elektromagneten verändert und damit die Schwingungsamplitude auf den jeweils gewünschten Betrag eingeregelt werden.

### Ergebnisse.

Um zu prüfen, wie weit durch Einsatz des besprochenen Gerätes die Gleichmäßigkeit der Teilchenverteilung verbessert wird, sind eine Reihe von Aufnahmen mit verschiedenen Substanzen und Vergrößerungen durchgeführt worden. Im Rahmen der vorliegenden Mitteilung mag es genügen, die Wirkung an einem einzigen Präparat, und zwar an einem mehrere Tage gemahlene Pulver von keramischen Massen zu zeigen. Fig. 3 bringt die Gegenüberstellung von mit geringer Vergrößerung erhaltenen Übersichtsbildern. In Fig. 3 A ist der Tropfen mit der Substanz ruhend aufgetrocknet, in Fig. 3 B im Objektträger-Vibrator schwingend aufgetrocknet worden. Wir sehen auf dem letzteren Bild, wie der Tropfen in Richtung der Schwingung auseinandergezogen worden ist. Schon mit dieser sehr geringen Vergrößerung ist der große Unterschied

<sup>3)</sup> Die fabrikatorische Herstellung des Gerätes wird von einer dem Laboratorium des Verfassers nahestehenden Firma durchgeführt. Abweichend von dem hier besprochenen Versuchsmodell wird nicht die Resonanz einer Stimmgabel sondern eines einseitig eingespannten Stahlstabes ausgenutzt. Die Abstimmung (Einstellung der 100 Perioden ergebenden Stablänge) gestaltet sich dann einfacher.

des Charakters der erhaltenen Substanzverteilungen deutlich wahrzunehmen. Noch eindrucksvoller ist der in Fig. 4 mit höherer Vergrößerung durchgeführte Vergleich. Während das normal aufgetrocknete Präparat in weiten Bereichen des Gesichtsfeldes völlig schwarz erscheint, zeigt das geschüttelte Präparat eine überraschend gleichmäßige Verteilung sehr feiner Teilchen. Erst die mit hohem Auflösungsvermögen erhaltenen Elektronenbilder Fig. 5 A und 5 B, die mit dem Universal-Elektronenmikroskop des Verfassers<sup>4)</sup> aufgenommen wurden, lassen jedoch erkennen, daß tatsächlich die Elementarteilchen des untersuchten Pulvers hier isoliert voneinander zur Abbildung kommen. Das von dem ungeschüttelten Objekt erhaltene Bild Fig. 5 A bringt einen solchen Ausschnitt aus dem Gesamtpräparat, wo ein besonders lockeres Gefüge sich zeigte. Im Durchschnitt ist daher der Unterschied noch wesentlich größer als es die Gegenüberstellung der beiden Aufnahmen in Fig. 5 veranschaulicht.

Das beschriebene einfache Gerät bewirkt, wie die Mikrophotographien beweisen, nicht nur eine isolierte Ablagerung von Elementarteilchen und ermöglicht somit einen statistischen Überblick über die Dispersion z. B. von Mahlgut, sondern gestattet auch allgemein die Herstellung gleichmäßigerer und daher definierterer mikroskopischer Präparate von dispersen Systemen. Es dürfte daher beispielsweise auf gewissen Sektoren der Biologie und Bakteriologie und anderen Gebieten ebenso nützliche Dienste leisten können wie bei der mikroskopischen und elektronenmikroskopischen Strukturereforchung von Substanzen der organischen und anorganischen Chemie.

Herrn Dr. H. Franssen (Krupp, Essen) und Herrn Professor E. Meyer (Institut für Schwingungsforschung, Berlin) dankt der Verfasser für wertvolle Anregungen. Die Deutsche Forschungsgemeinschaft hat die vorliegende Arbeit durch Bereitstellung von Mitteln für den Bau des benutzten Universal-Elektronenmikroskopes gefördert.

### Zusammenfassung.

Prinzip und Ausführung eines neuen Hilfsgerätes werden beschrieben, das bei der Herstellung lichtmikroskopischer und elektronenmikroskopischer Präparate disperser Systeme die Bildung von Konglomeraten verhindert. Das Prinzip

<sup>4)</sup> M. von Ardenne, Über ein Universal-Elektronenmikroskop für Hellfeld-, Dunkelfeld- und Stereobild-Betrieb. Z. Physik **115**, 339 (1940).

des als Objektträger-Vibrator bezeichneten Instrumentes besteht darin, den Objektträger während der Auftrocknung der Suspension in starke Vibrationen zu versetzen. Bei der beschriebenen unmittelbar aus dem 50 Perioden-Lichtnetz betriebenen Konstruktion durchläuft der Suspensionstropfen 200mal in der Sekunde

die Geschwindigkeitsskala zwischen 0 und 12 m pro Sekunde. Mit verschiedenen Vergrößerungen aufgenommene lichtmikroskopische und elektronenmikroskopische Bilder eines feingemahlten Pulvers von keramischen Massen zeigen eindrucksvoll die verteilende Wirkung des Objektträger-Vibrators.

Aus dem Laboratorium für Übermikroskopie der Siemens & Halske A. G., Berlin.

## Übermikroskopische Untersuchungen über den Abbau von Zellulosefasern.

Von H. Ruska und M. Kretschmer (Berlin).

(Eingegangen am 3. Oktober 1940)

Die Beobachtung der Quellung, der Lösung und des Abbaus von Faserstoffen macht es möglich, einen Einblick in deren Feinstruktur zu gewinnen. In jüngerer Zeit waren es besonders Heß, Lüdtke, Wergin und Farr, welche diesen Weg zur Strukturaufklärung der Baumwolle einschlugen. Bei fortschreitendem Abbau erhält man Lösungen von Zellulose, die teils als molekular (Staudinger), teils als micellar (Lieser) angesehen werden. Wergin<sup>1)</sup> beobachtete das Verhalten von Längsschnitten der Baumwollhaare in Cuoxamlösung, Farr<sup>2)</sup> vor allem den Zerfall in Salzsäure. In jedem Falle gelangten die Untersucher mit Hilfe des Lichtmikroskops zu Bildern, die unter dem Einfluß des Lösungsmittels eine Entstehung von Lamellen, Fibrillen und Fibrillenbruchstücken erkennen ließen. Die Abmessungen der Bruchstücke wurden dabei einerseits in be-

friedigender Übereinstimmung mit der Lamellendickenmessung von Kerr<sup>3)</sup> ( $0,12-0,40 \mu$ ) zu  $0,20-0,25 \mu$  bestimmt, andererseits zu etwa  $1,1-1,5 \mu$ . Die zuletztgenannte Partikelgröße läßt sich nach Farr bereits in der lebenden Zelle während des Wachstumsprozesses beobachten und wird daher, entgegen den Anschauungen von Frey-Wyssling<sup>4)</sup>, als präformierter Baustein der Zellwand angesehen. Es bestehen in den genannten Untersuchungen demnach nicht nur bezüglich des Aufteilungsgrades der letzten Lösungsprodukte der Zellulose (molekular: Staudinger, micellar: Lieser), sondern auch bezüglich der quantitativen und qualitativen Werte lichtmikroskopisch sichtbarer Zerfallsstücke erhebliche Diskrepanzen zwischen verschiedenen Beobachtern. In Anbetracht dessen, daß die untersuchten Partikelgrößen nahe an der Auflösungsgrenze des



Fig. 1 (2921/40). Auftrocknung aus einer Suspension von Baumwolle, die mehrere Tage mit HCl abgebaut, neutralisiert und dialysiert wurde. Elektronenoptisch: 30000:1.

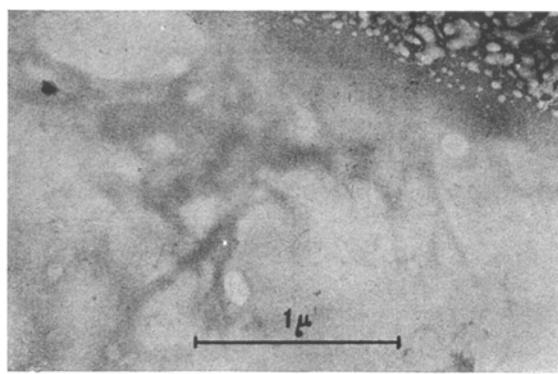


Fig. 2 (4012/40). Auftrocknung aus einer Suspension von Baumwolle, die 24 Stunden mit HCl abgebaut, mit Wasser verdünnt und auf vorbestrahlten Film gebracht wurde. Elektronenoptisch: 27000:1.

<sup>1)</sup> W. Wergin, *Protoplasma* **32**, 116 (1939).

<sup>2)</sup> W. K. Farr, *J. applied Physics* **8**, 228 (1937).

<sup>3)</sup> Th. Kerr, *Protoplasma* **27**, 229 (1937).

<sup>4)</sup> Vgl. die jüngste Stellungnahme, *Naturwiss.* **28**, 335 (1940).